

End of Result Set

☐

JP 10-182941

L11: Entry 1 of 1

File: DWPI

Jul 7, 1998

DERWENT-ACC-NO: 1998-434080

DERWENT-WEEK: 199838

COPYRIGHT 2003 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Epoxy! resin compsn. for sealing semiconductor - contains curing agent, inorganic filler contg. alumina, and silicone.

PATENT-ASSIGNEE:

ASSIGNEE

CODE

TORAY IND INC

TORA

PRIORITY-DATA: 1996JP-0349680 (December 27, 1996)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPC

JP 10182941 A

July 7, 1998

009

C08L063/00

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP 10182941A

December 27, 1996

1996JP-0349680

INT-CL (IPC): C08 G 59/24; C08 K 3/22; C08 K 3/36; C08 L 63/00; C08 L 83/04; H01 L 23/29; H01 L 23/31

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 10182941A

BASIC-ABSTRACT:

An epoxy resin compsn. contains (A) epoxy resin, (B) a curing agent, (C) an inorganic filler contg. alumina as the essential component and (D) silicone. The compsn. contains 70-97 wt. % of (C) and (C) contains 0.1-20 wt. % of alumina.

USE - The resin compsn. is suitable for sealing a semiconductor.ADVANTAGE - The resin compsn. has good flame retardant, soldering heat resistance and high-temp. reliability.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/0

TITLE-TERMS: POLYEPOXIDE RESIN COMPOSITION SEAL SEMICONDUCTOR CONTAIN CURE AGENT
INORGANIC FILL CONTAIN ALUMINA SILICONE

DERWENT-CLASS: A21 A26 A85 E33 L03 U11

CPI-CODES: A05-A01E2; A06-A00E2; A07-A03; A07-A03B; A08-D01; A08-R; A12-E04; A12-E07C; E34-C02;
L04-C20A;

EPI-CODES: U11-A07;

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-182941

(43) 公開日 平成10年(1998) 7月7日

(51) IntCl. ⁵	識別記号	F I	
C 0 8 L 63/00		C 0 8 L 63/00	A
			C
C 0 8 G 59/24		C 0 8 G 59/24	
C 0 8 K 3/22		C 0 8 K 3/22	
3/36		3/36	

審査請求 未請求 請求項の数16 O L (全 9 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願平8-349680	(71) 出願人	000003159 東レ株式会社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号
(22) 出願日	平成8年(1996)12月27日	(72) 発明者	清水 健 愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東 レ株式会社名古屋事業場内
		(72) 発明者	一條 力 愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東 レ株式会社名古屋事業場内
		(72) 発明者	田中 正幸 愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東 レ株式会社名古屋事業場内

(54) 【発明の名称】 エポキシ樹脂組成物

(57) 【要約】

【課題】 難燃性が高く、また良好な成形性、高い半田耐熱性、さらに得られた半導体装置において高い信頼性が与えられる。

【解決手段】 エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)、無機質充填剤(C)およびシリコンを含有する樹脂組成物であって、無機質充填剤(C)を樹脂組成

【特許請求の範囲】

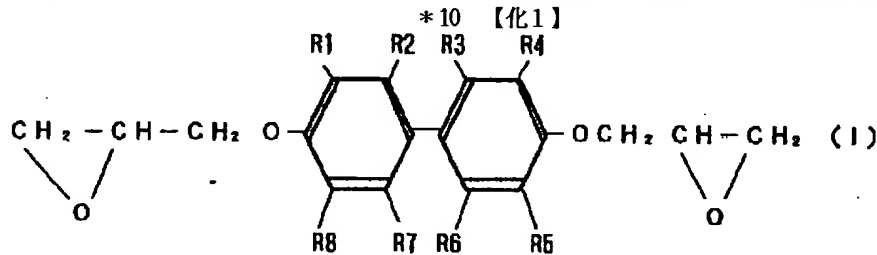
【請求項1】エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)、アルミナを必須成分とする無機質充填剤(C)およびシリコン(D)を含有する樹脂組成物であって、無機質充填剤(C)を樹脂組成物中に70～97重量%含有し、さらにアルミナを無機質充填剤(C)に対して0.1～20重量%含有するエポキシ樹脂組成物。

【請求項2】無機質充填剤(C)の含有量が、組成物全体の82～97重量%である請求項1記載のエポキシ樹脂組成物。

*【請求項3】無機質充填剤(C)がさらにシリカを含有することを特徴とする請求項1記載のエポキシ樹脂組成物。

【請求項4】シリカの含有量が、無機質充填剤(C)の80～99.9重量%である請求項3記載のエポキシ樹脂組成物。

【請求項5】エポキシ樹脂(A)が下記式(I)の構造を有するビスフェニル型エポキシ樹脂(a)を必須成分とする請求項1記載のエポキシ樹脂組成物。



(ただし、式中のR1～R8は、水素原子、炭素数1～4のアルキル基またはハロゲン原子を示す)。

【請求項6】エポキシ樹脂が硬化した後のエポキシ樹脂組成物の難燃性がUL規格において、V-0である請求項1記載のエポキシ樹脂組成物。

【請求項7】エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)、アルミナを必須成分とする無機質充填剤(C)およびシリコン(D)を含有する樹脂組成物であって、無機質充填剤(C)を樹脂組成物中に87～97重量%含有し、さらにアルミナを無機質充填剤(C)に対して0.1～50重量%含有するエポキシ樹脂組成物。

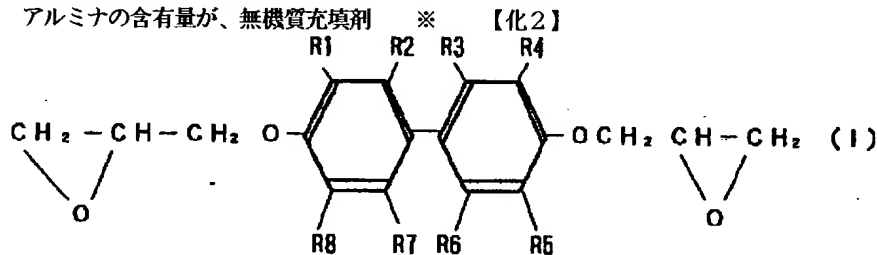
【請求項8】アルミナの含有量が、無機質充填剤

※(C)の1～50重量%である請求項7記載のエポキシ樹脂組成物。

20 【請求項9】無機質充填剤(C)がさらにシリカを含有することを特徴とする請求項7記載のエポキシ樹脂組成物。

【請求項10】シリカの含有量が、無機質充填剤(C)の50～99.9重量%である請求項9記載のエポキシ樹脂組成物。

【請求項11】エポキシ樹脂(A)が下記式(I)の構造を有するビスフェニル型エポキシ樹脂(a)を必須成分とする請求項7記載のエポキシ樹脂組成物。



(ただし、式中のR1～R8は、水素原子、炭素数1～4のアルキル基またはハロゲン原子を示す)。

【請求項12】エポキシ樹脂が硬化した後のエポキシ樹脂組成物の難燃性がUL規格において、V-0である請求項7記載のエポキシ樹脂組成物。

【請求項13】半導体封止用であることを特徴とする請求項1～12いずれかに記載のエポキシ樹脂組成物。

【請求項14】請求項1～12のいずれかのエポキシ樹脂組成物で半導体素子を封止してなる半導体装置。

【請求項15】エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)、アルミナを0.1～20重量%含有する無機質充填剤(C)(樹脂組成物全体に対して70～97重量%)およびシリコン(D)を溶解混合することを特徴とするエポキシ樹脂組成物の製造方法。

★【請求項16】エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)およびアルミナを0.1～50重量%含有する無機質充填剤(C)(樹脂組成物全体に対して87～97重量%)およびシリコン(D)を溶解混合することを特徴とするエポキシ樹脂組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、難燃性、半田耐熱性および高温信頼性に優れたエポキシ樹脂組成物、詳しくは半導体封止用エポキシ樹脂組成物および半導体装置に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体装置などの電子回路部分の封止方法としては、経済性、生産性、物性のバランスの点か

ら、エポキシ樹脂、硬化剤、無機質充填剤からなる封止用樹脂を用いた封止方法が中心になっている。近年の半導体装置の薄型・高密度化により、半導体装置に対する半田耐熱性・高温信頼性などの要求は高まっており、それに従って封止用樹脂への要求もより高まっている。

【0003】これら半導体などの電子部品には安全性確保のために、UL規格により難燃性の付与が義務づけられている。このため封止用樹脂にはこれまでに、難燃剤として臭素化エポキシ樹脂などのハロゲン化ポリマ、また難燃助剤として三酸化アンチモンなどのアンチモン化合物が添加されていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】近年、環境問題に対する意識が高まってきており、半導体封止用樹脂に難燃剤として使用される種々の化合物に対しても関心が高まっている。

【0005】例えばハロゲン化ポリマ系難燃剤は燃焼時にハロゲン化ガスを発生することが指摘されている。また、高温環境下では、難燃剤に起因するハロゲンが、半導体の配線の腐蝕を促進し、半導体装置の信頼性を低下させる要因と考えられている。

【0006】またアンチモン化合物を含有させた場合、使用済の封止用樹脂の廃棄物処理の問題などが憂慮されている。

【0007】したがってこれらハロゲン化ポリマーや酸化アンチモンは必要最低限の添加量にすることが望まれている。

【0008】なお、本発明は特定量のアルミナを無機充填剤の一部として使用することにより難燃性が付与されるという特徴を有するものであるが、アルミナを無機充填剤の一部としてエポキシ樹脂組成物に配合した文献としては、特開昭63-70446号公報、特開昭63-183915号公報があるが、これらのアルミナの配合の目的は、半導体素子からの発熱を放散させるために、エポキシ樹脂組成物に配合するものであり、難燃性については記載がない。

【0009】本発明は、上記の課題に対して、難燃性、高温信頼性に優れ、従来の難燃剤を必ずしも必要としないエポキシ樹脂組成物、特に半導体用封止用途のエポキ*

*シ樹脂組成物の提供を課題とするものである。

【0010】

【課題を解決するための手段】すなわち、本発明は、エポキシ樹脂(A)、硬化剤(B)、無機質充填剤(C)およびシリコン(D)を含有する樹脂組成物であって、無機質充填剤(C)を樹脂組成物中に70~97重量%含有し、さらに無機質充填剤(C)がアルミナを0.1~50重量%含有するエポキシ樹脂組成物であり、さらに好ましくは無機質充填剤(C)が樹脂組成物中で70~97重量%であり、かつ無機質充填剤(C)がアルミナを0.1~20重量%含有する組成物、または無機質充填剤(C)が樹脂組成物中で87~97重量%であり、さらに無機質充填剤(C)がアルミナを0.1~50重量%含有する組成物である。

【0011】さらに、本発明は、これら上記のエポキシ樹脂組成物で半導体素子を封止してなる半導体装置であり、また上記組成のエポキシ樹脂組成物を溶融混合することを特徴とするエポキシ樹脂組成物の製造方法である。

【0012】

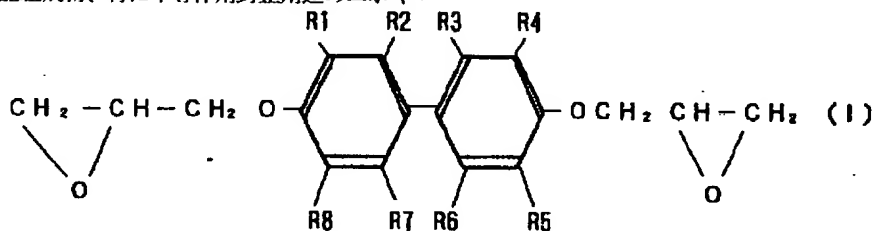
【発明の実施の形態】以下、本発明の構成を詳述する。本発明において重量とは質量を意味する。

【0013】本発明におけるエポキシ樹脂(A)は分子内にエポキシ基を複数個もつものならば特に限定されず、それらの具体例としては、たとえばビスフェニル型エポキシ樹脂、クレゾールノボラック型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールAやレゾルシンなどから合成される各種ノボラック型エポキシ樹脂、直鎖脂肪族エポキシ樹脂、脂環式エポキシ樹脂、複素環式エポキシ樹脂などがあげられる。

【0014】これらのエポキシ樹脂(A)のなかで特に本発明において好ましく使用されるものは、ハンダ耐熱性および成形性が優れているという点で、下記一般式(I)で表される骨格を有するビスフェニル型エポキシ樹脂(a)を必須成分として含有するものである。

【0015】

【化3】



(ただし、式中のR1~R8は、水素原子、炭素数1~4のアルキル基またはハロゲン原子を示す)。

【0016】そして、エポキシ樹脂(A)は、一般式(I)で表される骨格を有するビスフェニル型エポキシ樹脂

※脂を50重量%以上、特に70重量%以上含有することが好ましい。

【0017】上記式(I)で表されるエポキシ樹脂骨格の好ましい具体例としては、4,4'-ビス(2,3-

エポキシプロポキシ) ビフェニル、4, 4'-ビス(2, 3-エポキシプロポキシ)-3, 3', 5, 5'-テトラメチルビフェニル、4, 4'-ビス(2, 3-エポキシプロポキシ)-3, 3', 5, 5'-テトラメチル-2-クロロビフェニル、4, 4'-ビス(2, 3-エポキシプロポキシ)-3, 3', 5, 5'-テトラメチル-2-ブromoビフェニル、4, 4'-ビス(2, 3-エポキシプロポキシ)-3, 3', 5, 5'-テトラエチルビフェニル、4, 4'-ビス(2, 3-エポキシプロポキシ)-3, 3', 5, 5'-テトラブチルビフェニル、4, 4'-ビス(2, 3-エポキシプロポキシ) ビフェニル、および4, 4'-ビス(2, 3-エポキシプロポキシ)-3, 3', 5, 5'-テトラメチルビフェニルなどが挙げられる。これらエポキシ樹脂はその重合体を含むことができる。これらはそれぞれ単独でも、または混合系で用いる場合でも十分に効果を発揮する。

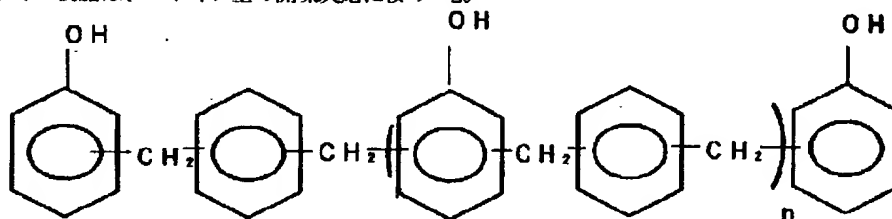
【0018】エポキシ樹脂(A)においては2種類以上のエポキシ樹脂を併用して含有することができる。またこれらのエポキシ樹脂は、エポキシ基の開環反応によつて

*で重合したものも含まれる。

【0019】本発明において、エポキシ樹脂(A)の配合量は、成形性および接着性の観点から、エポキシ樹脂組成物において、通常0.05~25重量%、好ましくは2~15重量%、さらに好ましくは2~10重量%、さらには2~8重量%である。

【0020】本発明における硬化剤(B)は、エポキシ樹脂(A)と反応して硬化させるものであれば特に限定されない。通常はフェノール性水酸基を有する化合物、酸無水物を有する化合物、アミン類が使用される。これらのうち、フェノール性水酸基を有する化合物の具体例としては、たとえばフェノールノボラック樹脂、クレゾールノボラック樹脂、フェノールアラキル樹脂、ビスフェノールAやレゾルシンなどから合成される各種ノボラック樹脂、トリス(ヒドロキシフェニル)メタン、ジヒドロビフェニル、下記式(II)で示されるフェノールp-キシリレンコポリマーなどの多価フェノール化合物、ポリビニルフェノールが例示される。

【化4】



…(II)

(上式において、nは0以上の整数。ベンゼン環はメチル基、エチル基などのアルキル基で置換されていてもよい。)

【0021】また酸無水物を有する化合物としては無水マレイン酸、無水フタル酸、無水ピロメリット酸などが例示される。またアミン類としてはメタフェニレンジアミン、ジ(アミノフェニル)メタン(通称ジアミノジフェニルメタン)、ジアミノジフェニルスルホンなどの芳香族アミンなどが例示される。半導体封止用としては耐熱性、耐湿性および保存性の点から、フェノール系硬化剤が好ましく用いられ、用途によっては2種類以上の硬化剤を併用してもよい。

【0022】本発明において、硬化剤(B)の配合量は、通常1~20重量%、好ましくは1~10重量%である。さらには、エポキシ樹脂(A)と硬化剤(B)の配合比は、機械的性質、および耐湿信頼性の点から(A)に対する(B)の化学当量比が0.5~1.5、特に0.8~1.2の範囲にあることが好ましい。

【0023】また本発明においてエポキシ樹脂(A)と硬化剤(B)の硬化反応を促進するために硬化触媒を用いてもよい。硬化触媒は硬化反応を促進するものならば特に限定されず、例えば、2-メチルイミダゾール、

※2, 4-ジメチルイミダゾール、2-エチル-4-メチルイミダゾール、2-フェニルイミダゾール、2-フェニル-4-メチルイミダゾール、2-ヘプタデシルイミダゾールなどのイミダゾール化合物、トリエチルアミン、ベンジルジメチルアミン、α-メチルベンジルジメチルアミン、2-(ジメチルアミノメチル)フェノール、2, 4, 6-トリス(ジメチルアミノメチル)フェノール、1, 8-ジアザビシクロ(5, 4, 0)ウンデセン-7などの三級アミン化合物、ジルコニウムテトラメトキシド、ジルコニウムテトラプロポキシド、テトラキス(アセチルアセト)ジルコニウム、トリ(アセチルアセト)アルミニウムなどの有機金属化合物およびトリフェニルホスフィン、トリメチルホスフィン、トリエチルホスフィン、トリブチルホスフィン、トリ(p-メチルフェニル)ホスフィン、トリ(ノニルフェニル)ホスフィンなどの有機ホスフィン化合物があげられる。なかでも耐湿性の点から、有機ホスフィン化合物が好ましく用いられる。これらの硬化触媒は、用途によっては2種類以上を併用してもよく、その添加量は、エポキシ樹脂(A)100重量部に対して0.1~10重量部の範囲が好ましい。

【0024】本発明においては無機質充填剤(C)は樹脂組成物中に70~97重量%含有し、さらに無機質充

充填剤(C)がアルミナを0.1~50重量%含有することが特徴であるが、難燃性および成形性が良好であるという観点から、第1の組成として、無機質充填剤(C)が樹脂組成物中で70~97重量%であり、かつ無機質充填剤(C)がアルミナを0.1~20重量%含有するもの、/また第2の組成として無機質充填剤(C)が樹脂組成物中で87~97重量%であり、さらに無機質充填剤(C)がアルミナを0.1~50重量%含有する組成物である。

【0025】ここでいうアルミナとは酸化アルミニウムのことである。

【0026】難燃性、成形性の観点から、無機質充填剤(C)中にアルミナの量は、前に示した量が配合できるが、さらに成形性、難燃性などの観点から、好ましくは、1~20重量%、さらに、1~18重量%、またさらに1~10重量%、また加えて1~9重量%の量が好ましい。

【0027】無機質充填剤(C)において、アルミナ以外の無機質充填剤として、シリカすなわち二酸化ケイ素が好ましく配合される。シリカの含有量としては無機充填剤(C)において、50~99.9重量%、52.9~99重量%さらに80~99重量%、さらに90~99重量%の配合が好ましい。

【0028】このような無機質充填剤としては、アルミナおよびシリカが粒子中に共存したものや、アルミナを50重量%以上含有する粒子およびシリカを50重量%以上含有する粒子を併用した粒子混合物が使用できる。なかでも、各種特性への効果から、後者の粒子混合物の形態が好ましく使用され、実質的にアルミナを主成分とするアルミナ粒子およびシリカを主成分とするシリカ粒子の混合によるものがさらに好ましい。

【0029】アルミナを主成分とする粒子としては、その結晶構造により、 α 、 γ 、 δ 、 θ 型などがあり、任意のものが使用でき、またこれらのうち複数を併用してもよいが、熱・化学的安定性から α -アルミナが好ましく用いられる。本発明における α -アルミナの製造法は任意の方法を用いることができる。例えば、①ボーキサイトからバイヤー法により得られた水酸化アルミニウムを焼成し、アルミナとする方法、②各種のアルミニウム塩から得た水酸化アルミニウムを焼成しアルミナとする方法、③金属アルミニウム粉末を爆燃(VMC: Vaporized Metal Combustion)法により酸化させてアルミナを得る方法があげられる。本発明で好ましく用いられるアルミナとしては、組成物の成形時の流動性の観点から、溶融球状化されているものが好ましい。またアルミナへ焼成する段階で特定のプロセスにより、粒径、粒子形状などが調節されていることが、難燃性および流動性の観点から好ましい。

【0030】シリカ粒子としては、非晶性シリカ、結晶性シリカなどがあげられるが、非晶性シリカの粒子は線

膨張係数を低下させる効果が大きく、低応力化に有効なため好ましく用いられる。非晶性シリカの粒子は任意の製造方法で製造することができる。例えば結晶性シリカを溶融する方法、各種原料から合成する方法などがあげられる。

【0031】本発明における無機質充填剤、ならびに無機質充填剤に配合されるアルミナ粒子およびシリカ粒子の形状および粒径は特に限定されないが、それぞれ平均粒径 $3\mu\text{m}$ 以上 $40\mu\text{m}$ 以下の球状粒子を無機質充填剤中に60重量%以上、さらに好ましくは90重量%以上含有することが流動性の点から好ましい。

【0032】ここでいう平均粒子径は累積重量50%になる粒径(メジアン径)を意味する。

【0033】本発明において無機質充填剤の(C)の割合は、前に示したとおりであるが、難燃性、成形性および低応力性の点から、好ましくは80~97重量%さらに好ましくは85~97重量%、87~97重量%、87~95重量%である。

【0034】本発明において、無機質充填材をシランカップリング剤、チタネートカップリング剤、アルミネートカップリング剤などのカップリング剤であらかじめ表面処理することが、半導体素子をエポキシ樹脂組成物で封止した半導体装置の信頼性が高まるという点で好ましい。

【0035】シランカップリング剤とは、アルコキシ基、ハロゲン原子、アミノ基などの加水分解性基および有機基がケイ素原子に直結したもの、およびその部分加水分解縮合物が一般的に用いられる。加水分解性の基としてはアルコキシ基、なかでも、メトキシ基、エトキシ基が好ましく用いられる。有機基としては、炭化水素基や窒素原子、酸素原子、ハロゲン原子、硫黄原子などによって置換された炭化水素基のものが使用され、さらに上記原子によって置換された炭化水素基が好ましく使用される。とくに置換された炭化水素基としては、エポキシ基を持つものや、アミノ基を持つものが好ましく使用される。なかでも2級アミノ基をもつもの、さらにアミノ基すべてが2級アミノ基のものが好ましく使用される。シランカップリング剤としては以下のものが例示される。

【0036】エポキシ基が結合した有機基を有するシランカップリング剤として γ -グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -(2,3-エポキシシクロヘキシル)プロピルトリメトキシシラン。

【0037】アミノ基を有するものとして、N- β -(アミノエチル)- γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、N- β -(アミノエチル)- γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、N- β -(アミノエチル)- γ -アミノプロピルトリエチルシラン、 γ -アミノプロピルトリエトキシシラン、 γ -アミノプロピルメチルジ

エトキシシラン、 γ -アミノプロピルトリメトキシシラン、 γ -アミノプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -(N,N-ジメチルアミノ)プロピルトリメトキシシラン、 γ -(N-フェニルアミノ)プロピルトリメトキシシラン、 γ -(N-フェニルアミノ)プロピルメチルジメトキシシラン、 γ -(N-メチルアミノ)プロピルトリメトキシシラン、 γ -(N-メチルアミノプロピル)メチルジメトキシシラン、 γ -(N-エチルアミノ)プロピルトリメトキシシラン、および γ -(N-エチルアミノ)プロピルメチルジメトキシシラン。

【0038】その他のものとして、 γ -メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、 γ -メタクリロキシプロピルメチルジメトキシシラン、 γ -メルカトプロピルトリメトキシシラン、 γ -メルカトプロピルメチルジメトキシシラン。

【0039】本発明においては、半田耐熱性付与のために、シリコンが添加される。シリコンとは、ポリオルガノシロキサンであり、一般的には、ジメチルシロキサン単位、メチルフェニルシロキサン単位、ジフェニルシロキサン単位などの重合体であり、なかでもジメチルシロキサン単位を主成分（好ましくは60モル%以上、さらに好ましくは80モル%以上）とするものが好ましく用いられる。また水素、エチル基、水酸基で側鎖または末端が置換したものも使用できる。形態としては、オイル状、ゴム状のものが任意に用いられる。シリコンの分子量としては、ジシロキサン構造のものから、架橋により無限大となっているものまで任意である。なかでも数平均重合度として、シロキサンの繰返し単位が2以上、さらに5以上、一方、10,000以下、さらに5,000以下、さらに2,000以下のものが好ましく用いられる。

【0040】シリコンの配合量としてはエポキシ樹脂(A)および硬化剤(B)の和に対して、0.01~50重量%、さらに0.1~40重量%、さらに1~35重量%の範囲が好ましく配合される。

【0041】シリコンにおいては、エポキシ基、アミノ基、メルカプト基、カルボキシル基または水酸基が結合した有機基が、一部のケイ素原子の側鎖または重合体の末端に直結した変性シリコンが使用されることが好ましい。このような有機基としては、 γ -グリシドキシプロピル基、 γ -(2,3-エポキシシクロヘキシル)プロピル基、 γ -アミノプロピル基、 γ -メルカトプロピル基、 γ -カルボキシプロピル基、 γ -ヒドロキシプロピル基などが例示される。またカルボキシル基を有する有機基と、多価エポキシ化合物との反応により、エポキシ基が付与された官能基、アミノ基を有する有機基と、多価エポキシ化合物との反応により、エポキシ基が付与された官能基、エポキシ基を有する有機基と、多価アミノ基化合物との反応により、アミノ基が付与された官能基なども有効である。

【0042】本発明において、必須成分ではないがブロム化合物を配合出来る。ブロム化合物は、通常半導体封止用エポキシ樹脂組成物に難燃の目的として添加されるもので、特に限定されない。

【0043】存在するブロム化合物の好ましい具体例としては、ブロム化ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ブロム化フェノールノボラック型エポキシ樹脂などのブロム化エポキシ樹脂、ブロム化ポリカーボネート樹脂、ブロム化ポリスチレン樹脂、ブロム化ポリフェニレンオキサライド樹脂、テトラブロモビスフェノールA、デカブromoフェニルエーテルなどがあげられ、なかでも、ブロム化ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ブロム化フェノールノボラック型エポキシ樹脂などのブロム化エポキシ樹脂が、成形性の点から特に好ましい。

【0044】本発明の組成物中に存在するブロム化合物の量は、0.3重量%以下が高温信頼性の点で好ましい。特に好ましくは0.1重量%以下、さらに好ましくは0.05重量%以下、さらには実質的に配合されていないものである。臭素原子に注目すると0.2重量%以下、0.07重量%以下、さらに0.04重量%以下が好ましい。

【0045】本発明では必須成分ではないが、アンチモン化合物を配合することができる。通常半導体封止用エポキシ樹脂組成物に難燃助剤として添加されるもので、特に限定されず、公知のものであってよい。アンチモン化合物の好ましい具体例としては、三酸化アンチモン、四酸化アンチモン、五酸化アンチモンがあげられる。

【0046】本発明組成物中に存在するアンチモン化合物の量は、全体の0.3重量%以下が高温信頼性の点で好ましい。特に好ましくは0.1重量%以下、さらに好ましくは0.05重量%以下、さらには実質的に配合されていないものである。アンチモン原子に注目すると0.25重量%以下、0.075重量%以下、さらに0.0375重量%以下の順に好ましい。

【0047】本発明のエポキシ樹脂組成物においては、エポキシ樹脂の硬化後の酸素指数が4.2%以上であることが好ましい。

【0048】ここで酸素指数はJIS K7201に従って、燃焼限界点における各ガス体積濃度を求めた値から次式に従って算出したものをいう。

$$\text{酸素指数}(\%) = [\text{酸素}] / ([\text{酸素}] + [\text{窒素}]) \times 100$$

【0049】さらに、本発明のエポキシ樹脂組成物においては、エポキシ樹脂の硬化後の難燃性がUL94規格においてV-0であることが、難燃性の面から好ましく、さらに、上に説明した臭素原子の含有量またはアンチモン原子の含有量において、V-0であることが好ましい。

【0050】本発明のエポキシ樹脂組成物には、カーボンブラック、酸化鉄などの着色剤、ハイドロタルサイト

などのイオン捕捉材、オレフィン系共重合体、変性ニトリルゴム、変性ポリブタジエンゴム、などのエラストマー、ポリエチレンなどの熱可塑性樹脂、長鎖脂肪酸、長鎖脂肪酸の金属塩、長鎖脂肪酸のエステル、長鎖脂肪酸のアミド、パラフィンワックスなどの離型剤、先に示したものの以外の各種ケイ素化合物、および有機過酸化物などの架橋剤を任意に添加することができる。

【0051】本発明のエポキシ樹脂組成物は溶融混合して製造することが好ましく、たとえばバンバリーミキサー、ニーダー、ロール、単軸もしくは二軸の押出機およびコニーダーなどの公知の混練方法を用いて通常50～170℃、好ましくは70～150℃の温度で溶融混練することにより製造される。

【0052】本発明のエポキシ樹脂組成物は、通常は粉末またはタブレット状態で半導体装置の封止に供される。半導体素子を基板に固定した部材に対して、低圧トランスファー成形機を用いて、エポキシ樹脂組成物を、例えば120～250℃、好ましくは150～200℃の温度で成形し、エポキシ樹脂組成物の硬化物とすることによって、エポキシ樹脂組成物の硬化物によって封止された半導体装置が製造される。また必要に応じて追加熱処理（例えば150～200℃、2～15時間）も行*

*なうことができる。

【0053】ここで半導体装置とは、トランジスタやダイオード、抵抗、コンデンサーなどを半導体チップや基板の上に集積し配線して作った電子回路（集積回路）のことを指し、広くは本発明のエポキシ樹脂組成物により封止した電子部品を指す。

【0054】

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明する。なお、実施例中の％は重量％を示す。

【0055】なお、本発明で使用した原材料および、組成物への配合量は以下のとおりである。

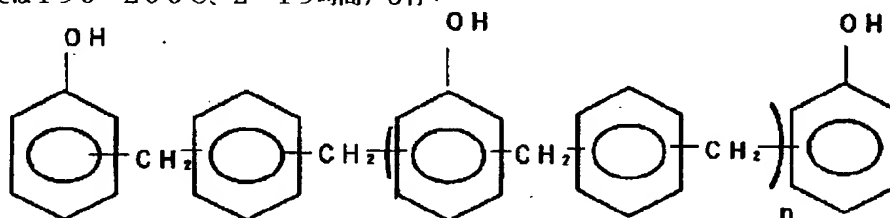
<エポキシ樹脂I>エポキシ当量200のオルソクレゾールノボラック樹脂（配合量は表1に記載）

<エポキシ樹脂II> 4,4'-ビス(2,3-エポキシプロポキシ)-3,3',5,5'-テトラメチルビフェニル（配合量は表1に記載）

<硬化剤I> 水酸基当量107のフェノールノボラック樹脂（配合量は表1に記載）

<硬化剤II> 下記に示されるフェノール化合物（配合量は表1に記載）

【化5】



（ただしnが1～3である成分を約90重量％含む）

<無機質充填剤I>平均粒径16μmの球状α-アルミナ（昭和電工 AS-30）（配合量は表1に記載）

<無機質充填剤II>平均粒径15μmの非晶性溶融シリカ（配合量は表1に記載）

<シリコンI>、末端がカルボキシルエチル基であるポリジメチルシロキサン（数平均重合度40）（配合する場合には0.3重量％）

<シリコンII>シリコンI 1モルと4,4'-ビス(2,3-エポキシプロポキシ)ビフェニル2モルとの反応物。末端はエポキシ基となっている。（配合する場合には0.3重量％）

<シリコンIII>ヒドロキシプロピル基が側鎖に平均3個結合しているポリジメチルシロキサン（数平均重合度24）（配合する場合には0.3重量％）

<シリコンIV>末端がアミノプロピル基であるポリジメチルシロキサン（数平均重合度30）（配合する場合には0.3重量％）

<難燃剤>エポキシ当量400、臭素含有量50重量％※

30※のブロム化ビスフェノールA型樹脂（配合量は表1に記載）

<難燃助剤>三酸化アンチモン（配合量は表1に記載）

<硬化促進剤> トリフェニルホスフィン（0.1重量％）

<シランカップリング剤>N-フェニルアミノプロピルトリメトキシシラン（シリコンを配合する場合には0.7重量％、配合しない場合には1.0重量％）（シランカップリング剤は前もって無機充填剤と混合しておいた。）

<着色剤>カーボンブラック（0.2重量％）

<離型剤>カルバナワックス（0.3重量％）

実施例 比較例

各成分を、表1に示した組成比で、ミキサーによりドライブレンドした。これを、ロール表面温度90℃のミキシングロールを用いて5分間加熱混練後、冷却・粉砕して半導体封止用のエポキシ樹脂組成物を製造した。

【0056】

【表1】

表1

	材料組成 樹脂(重量部)		硬化剤 樹脂(重量部)		充填剤 樹脂(重量部)		(参考値)		シリ コン 種類	難燃剤 添加量 (wt部)	難燃助剤 添加量 (重量部)
	I	II	I	II	I	II	I+II	7分(1)			
実施例1		8.87		7.23	3.0	79.0	82.0	3.7	I	0.00	0.00
実施例2		8.87		7.23	14.0	68.0	82.0	17.1	I	0.00	0.00
実施例3		6.11		4.99	3.0	84.0	87.0	3.5	I	0.00	0.00
実施例3		6.11		4.99	3.0	84.0	87.0	3.5	II	0.00	0.00
実施例3		6.11		4.99	3.0	84.0	87.0	3.5	III	0.00	0.00
実施例3		6.11		4.99	3.0	84.0	87.0	3.5	IV	0.00	0.00
実施例4		6.11		4.99	15.0	72.0	87.0	17.2	I	0.00	0.00
実施例5		6.11		4.99	40.0	47.0	87.0	46.0	I	0.00	0.00
実施例6		5.41	1.23	2.46	8.0	81.0	89.0	9.0	I	0.00	0.00
実施例7	1.50	3.51		4.09	8.0	81.0	89.0	9.0	I	0.00	0.00
実施例8		1.71		1.39	3.0	92.0	95.0	3.3	I	0.00	0.00
実施例9		1.71		1.39	16.0	79.0	95.0	16.9	I	0.00	0.00
実施例10		1.71		1.39	42.0	53.0	95.0	44.2	I	0.00	0.00
比較例1		16.02		13.08	10.0	59.0	69.0	14.5	I	0.00	0.00
比較例2		8.87		7.23	0.0	82.0	82.0	0.0	I	0.00	0.00
比較例3		8.87		7.23	33.0	59.0	82.0	40.0	I	0.00	0.00
比較例4		7.21		5.89	0.0	85.0	85.0	0	I	0.00	0.00
比較例5		7.21		5.89	50.0	35.0	85.0	58.8	I	0.00	0.00
比較例6		6.11		4.99	0.0	87.0	87.0	0	I	0.00	0.00
比較例7		6.11		4.99	48.0	39.0	87.0	55.2	I	0.00	0.00
比較例8		1.71		1.39	0.0	95.0	95.0	0	I	0.00	0.00
比較例9		1.71		1.39	53.0	42.0	95.0	55.8	I	0.00	0.00
比較例10		4.46		4.99	0.0	89.0	89.0	0	I	0.5	0.5
比較例11		6.11		5.12	3.0	84.0	87.0	3.5	—	0.00	0.00

1) アルミナ量：充填剤におけるI成分の含有量(重量%)

【0057】この樹脂組成物を用いて、低圧トランスフ
ァー成形法により175℃、キュアタイム2分間の条
件で成形し、180℃、5時間の条件でポストキュア
して下記の物性測定法により各樹脂組成物の物性を評価
した。なお特に示さない限り成形条件は175℃、キュ
アタイム2分間であり、ポストキュアは180℃、5時
間とした。

半田耐熱性：表面にA1蒸着した模擬素子を搭載した、
チップサイズ12×12mmの160pinQFP(ク
アドフラットパッケージ)を20個成形し、85℃/
85%RTで120時間加湿後、最高温度245℃のI
Rリフロー炉で加熱処理し、外部クラックの発生数を調*50

*べた。

40 吸水率：半田耐熱性試験に用いる160pinQFPを
85℃/85%RHで100時間加湿後、樹脂組成物の
吸水率を測定した。

高温信頼性：模擬素子を搭載した16pinDIP(デ
ュアルインラインパッケージ)を用い、200℃での高
温信頼性を評価し、累積故障率63%になる時間を求め
高温特性寿命とした。

難燃性試験：5"×1/2"×1/16"の燃焼試験片
を、成形・ポストキュアし、UL94規格に従い難燃
性を評価した。

酸素指数：5"×1/2"×1/8"の試験片を成形・

ポストキュアし、JIS K7201に従い燃焼限界点における各ガスの体積濃度を求めた。

* Pを成形後に目視および顕微鏡を用いて観察し、未充填・ボイドの有無を調べた。

酸素指数 (%) = [酸素] / ([酸素] + [窒素])

【0058】

PKG充填性：半田耐熱試験に用いる160pinQF*

【表2】

表2

	酸素指数 (%)	難燃性	高温信頼性 特性寿命 (h)	PKG 充填性	半田耐熱性 外部リッパ 発生数	吸水率 (%)
実施例1	42	V-0	>400	良好	3/20	0.16
実施例2	46	V-0	>400	良好	4/20	0.17
実施例3	45	V-0	>400	良好	0/20	0.13
実施例4	51	V-0	>400	良好	0/20	0.16
実施例5	49	V-0	>400	良好	5/20	0.21
実施例6	52	V-0	>400	良好	0/20	0.14
実施例7	53	V-0	>400	良好	0/20	0.14
実施例8	55	V-0	>400	良好	0/20	0.11
実施例9	61	V-0	>400	良好	0/20	0.13
実施例10	59	V-0	>400	良好	4/20	0.18
比較例1	36	V-001	350	良好	20/20	0.34
比較例2	39	V-2	>400	良好	2/20	0.19
比較例3	44	V-1	>400	良好	20/20	0.25
比較例4	32	V-2	>400	良好	5/20	0.17
比較例5	40	V-1	>400	未充填	20/20	0.28
比較例6	41	V-1	>400	良好	0/20	0.13
比較例7	40	V-1	>400	未充填	20/20	0.25
比較例8	52	V-0	>400	未充填	10/20	0.12
比較例9	41	V-1	>400	未充填	20/20	0.23
比較例10	45	V-0	80	良好	3/20	0.12
比較例11	44	V-0	>400	良好	5/20	0.16

【0059】表1および2に見られるように、本発明のエポキシ樹脂組成物は、難燃性、半田耐熱性、高温信頼性、PKG充填性に優れている。

【0060】これに対して無機質充填剤(C)の添加量が70%未満である場合や、無機質充填剤(C)の添加量が70%以上であってもアルミナを含有しない場合は難燃性が劣っている。

【0061】また、無機質充填剤(C)中にアルミナの量が多すぎる場合には、難燃性および充填性が劣って

※る。

【0062】難燃剤および難燃助剤を含有し、アルミナを含有しない場合には難燃性には優れるが高温信頼性が劣っている。

【0063】

【発明の効果】特定量の無機質充填剤において、特定量のアルミナを含有させることによって、難燃性が向上し、また良好な成形性、高い半田耐熱性、さらに得られた半導体装置において高い信頼性が与えられる。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

識別記号

F I

C 08 L 83/04

C 08 L 83/04

H 01 L 23/29

H 01 L 23/30

R

23/31